

TRIAZOLE COMPOUND, ITS PRODUCTION AND HARMFUL LIFE CONTROLLING AGENT CONTAINING THE SAME

Patent Number: JP2129173
Publication date: 1990-05-17
Inventor(s): HAGA TAKAHIRO; others: 05
Applicant(s): ISHIHARA SANGYO KAISHA LTD
Requested Patent: ☐ JP2129173
Application Number: JP19880284387 19881110
Priority Number(s):
IPC Classification: C07D249/12; A01N43/653; A01N47/38; C07D401/12; C07D403/12
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

NEW MATERIAL:The compound of formula I (X is carbonyl or sulfonyl; R<1> to R<3> are alkyl or cycloalkyl; R<4> is group of formula IV (Y=X; R<5> and R<6> are alkyl or H), formula V [R<7> is (substituted) pyrazyl, (substituted) pyrimidyl, etc.; m is 0 or 1], formula VI (R<8> is tert-butyl or butoxycarbonyl), etc.; excluding the case that X is carbonyl and R<4> is group of formula VII (R<9> is alkyl)) or its salt.

EXAMPLE:1-Dimethylcatbamoyl-3-tert-butyl-5-dimethylcarbamoylthio-1,2,4-1H- triazole.

USE:An active component of a harmful life controlling agent. It exhibits excellent activity as an active component of insecticidal, miticidal, nematocidal and soil vermin exterminating agent and fungicide.

PREPARATION:The compound of formula I can be produced by reacting a compound of formula II with a compound of formula III (Hal is halogen n) in the presence of a solvent and a base and, as necessary, a catalyst such as 4-dimethylaminopyridine.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

A

⑫ 公開特許公報(A)

平2-129173

⑤ Int. Cl.⁵C 07 D 249/12
A 01 N 43/653
47/38

識別記号

N
A

庁内整理番号

7624-4C
8930-4H
6779-4H※

⑬ 公開 平成2年(1990)5月17日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全14頁)

⑭ 発明の名称 トリアゾール系化合物、それらの製造方法及びそれらを含む有害生物防除剤

⑰ 特 願 昭63-284387

⑱ 出 願 昭63(1988)11月10日

⑲ 発 明 者 芳 賀 隆 弘 滋賀県草津市西渋川2丁目3番1号 石原産業株式会社中央研究所内

⑳ 発 明 者 土 岐 忠 昭 滋賀県草津市西渋川2丁目3番1号 石原産業株式会社中央研究所内

㉑ 発 明 者 小 柳 徹 滋賀県草津市西渋川2丁目3番1号 石原産業株式会社中央研究所内

㉒ 出 願 人 石原産業株式会社 大阪府大阪市西区江戸堀1丁目3番22号
最終頁に続く

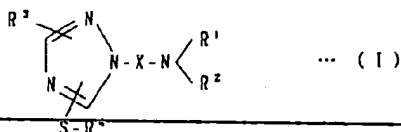
明 細 書

1. 発明の名称

トリアゾール系化合物、それらの製造方法及びそれらを含む有害生物防除剤

2. 特許請求の範囲

1. 一般式(I)



(式中、Xはカルボニル基又はスルホニル基であり、R¹、R²及びR³は互いに独立してアルキル基又はシクロアルキル基であり、R⁴は

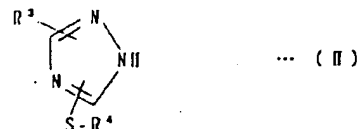
-Y-N<math display="block">\begin{matrix} R^3 \\ R^4 \end{matrix}基(式中、Yはカルボニル基又はスルホ

ニル基であり、R⁵及びR⁶は互いに独立してアルキル基又は水素原子である)、-(CH₂)_m-R⁷基(式中、R⁷は置換されてもよいピリジル基、置換されてもよいピラジリル基、置換されてもよいピリダジリル基又は置換されてもよいピリミジリル基

であり、mは0又は1である)、-CH₂-

基(R⁸はtert-ブチル基又はtert-ブトキシカルボニル基である)、炭素数4以上のアルキル基、3,6,9-トリオキサデカニル基、2-メチル-1-プロベニル基又は-CH₂COOR⁹基(式中R⁹はアルキル基である)である。但し、Xがカルボニル基でかつR⁴が-CH₂COOR⁹基である場合を除く)で表わされるトリアゾール系化合物又はそれらの塩。

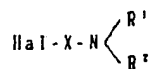
2. 一般式(II)



(式中、R¹はアルキル基又はシクロアルキル基であり、R²は、-Y-N<math display="block">\begin{matrix} R^3 \\ R^4 \end{matrix}基(式中、Yはカルボニル基又はスルホニル基であり、R⁵及びR⁶は

互いに独立してアルキル基又は水素原子である)、
 $-(CH_2)_m-R^7$ 基 (式中、 R^7 は置換されてもよい
 ビリジル基、置換されてもよいピラジル基、置換
 されてもよいピリダジル基又は置換されてもよい
 ビリミジル基であり、 m は 0 又は 1 である)、

$-CH_2-\text{C}_6H_4-R^8$ 基 (R^8 は tert-ブチル基又は tert-
 ブトキシカルボニル基である)、炭素数 4 以上
 のアルキル基、3,6,9-トリオキサデカニル基、
 2-メチル-1-プロペニル基又は $-CH_2COOR^9$ 基
 (式中 R^9 はアルキル基である) である) で表わ
 される化合物と一般式



(式中、 X はカルボニル基又はスルホニル基であ
 り、 R^1 及び R^2 は互いに独立してアルキル基又
 はシクロアルキル基である)
 で表わされる化合物とを反応させることを特徴と
 する。

一般式 (I)

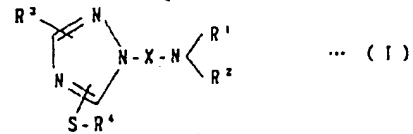
アルキル基又は水素原子である)、 $-(CH_2)_m-R^7$
 基 (式中、 R^7 は置換されてもよいビリジル基、
 置換されてもよいピラジル基、置換されてもよい
 ピリダジル基又は置換されてもよいビリミジル基
 であり、 m は 0 又は 1 である)、 $-CH_2-\text{C}_6H_4-R^8$

基 (R^8 は tert-ブチル基又は tert-ブトキシカ
 ルボニル基である)、炭素数 4 以上のアルキル基、
 3,6,9-トリオキサデカニル基、2-メチル-1-
 プロペニル基又は $-CH_2COOR^9$ 基 (式中 R^9 はア
 ルキル基である) である。但し X がカルボニル基
 であつ R^9 が $-CH_2COOR^9$ 基である場合を除く) で
 表わされるトリアゾール系化合物又はそれらの塩
 を有効成分として含有することを特徴とする有害
 生物防除剤。

3. 発明の詳細な説明

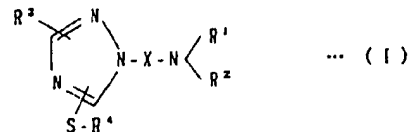
(産業上の利用分野)

本発明は新規なトリアゾール系化合物又はそれ
 らの塩、それらの製造方法及びそれらを含むする
 有害生物防除剤に関する。



(式中、 X 、 R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 は前述の
 通りである。但し、 X がカルボニル基であつ R^4
 が $-CH_2COOR^9$ 基である場合を除く) で表わされる
 トリアゾール系化合物又はそれらの塩の製造方法。

3. 一般式 (I)



(式中、 X はカルボニル基又はスルホニル基であ
 り、 R^1 、 R^2 及び R^3 は互いに独立してアルキ
 ル基又はシクロアルキル基であり、 R^4 は、

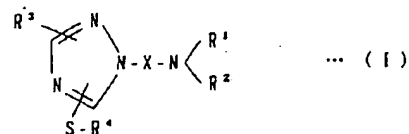
$-Y-N \begin{matrix} R^5 \\ R^6 \end{matrix}$ 基 (式中、 Y はカルボニル基又はスルホ
 ニル基であり、 R^5 及び R^6 は互いに独立して

(従来の技術)

トリアゾール系化合物は例えば、特開昭51-
 51523 号公報、同52-122625 号公報、同62-70365
 号公報、米国特許第4220790 号明細書、西独特許
 出願公開第3031191 号公報などに殺虫剤として有
 用であると開示されている。しかしながらそこ
 に、次記一般式 (I) で表わされる化合物は開示
 されていない。


(発明の開示)

本発明は、一般式 (I)



(式中、 X はカルボニル基又はスルホニル基であ
 り、 R^1 、 R^2 及び R^3 は互いに独立してアルキ
 ル基又はシクロアルキル基であり、 R^4 は、

$-Y-N \begin{matrix} R^5 \\ R^6 \end{matrix}$ 基 (式中、 Y はカルボニル基又はスルホ
 ニル基であり、 R^5 及び R^6 は互いに独立してア

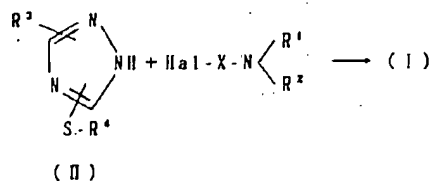
ルキル基又は水素原子である)、 $-(CH_2)_m-R^7$ 基
(式中、 R^7 は置換されてもよいビリジル基、置換されてもよいピラジル基、置換されてもよいピリダジル基又は置換されてもよいピリミジル基であり、 m は0又は1である)、 $-CH_2-$ 基

(R^8 はtert-ブチル基又はtert-ブトキシカルボニル基である)、炭素数4以上のアルキル基、3,6,9-トリオキサデカニル基、2-メチル-1-プロベニル基又は $-CH_2COOR^9$ 基(式中 R^9 はアルキル基である)である。但し、 X がカルボニル基でかつ R^4 が $-CH_2COOR^9$ 基である場合を除く)で表わされるトリアゾール系化合物又はそれらの塩、それらの製造方法又はそれらを有効成分として含有する有害生物防除剤である。

前記トリアゾール系化合物の塩は、前記一般式(I)の化合物が酸性又は塩基性官能基を有するので、それらと金属陽イオン、アンモニウム陽イオン又は陰イオンとの塩であって、例えばそれらの金属塩、アンモニウム塩、酸付加塩などが挙げ

R^7 が変わす置換されてもよいビリジル基、置換されてもよいピラジル基、置換されてもよいピリダジル基又は置換されてもよいピリミジル基の置換基としては、ハロゲン原子又はハロゲン原子で置換されてもよいアルキル基が挙げられるが、それらのハロゲン原子としては弗素原子、塩素原子、臭素原子、沃素原子が挙げられる。それらの置換基の個数は、1又は2以上であり、置換基の個数が2以上の場合それらは同一であっても異なってもよい。

前記一般式(I)で表わされる化合物は、例えば次の方法によって製造することができる。



($H-Al$ はハロゲン原子であり、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 及び X は前述の通りである)

上記反応は通常塩基及び溶媒、更に必要に応じ

られるが、これらは、常法により製造することができる。

前記一般式(I)中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 及び R^6 が表わすアルキル基としては炭素数1~6のもの、例えば、メチル基、エチル基、 n -、iso-プロピル基、 n -、iso-、tert-ブチル基、 n -、iso-、tert-ペンチル基、 n -、iso-、tert-ヘキシル基などが挙げられ、またそれらは直鎖又は枝分れ脂肪鎖の構造異性のものも含み、更に R^1 、 R^2 及び R^3 が表わすシクロアルキル基としてはシクロプロピル基、シクロブチル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基などが挙げられる。なかでも R^3 はtert-ブチル基、iso-プロピル基又はtert-アミル基が望ましい。

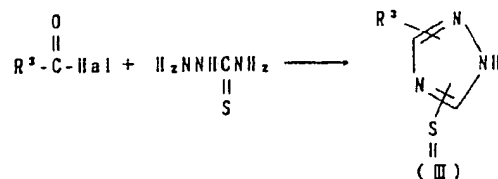
R^4 が変わす炭素数4以上のアルキル基としては例えば、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デカニル基などが挙げられ、またそれらは直鎖又は枝分れ脂肪鎖の構造異性のもも含む。

て適当な触媒の存在下で行なわれる。塩基としては、トリエチルアミン、ピリジンのような第3アミン類、溶媒としてはテトラヒドロフラン、ジオキサンのようなエーテル類がそれぞれ挙げられ、また触媒としては4-ジメチルアミノピリジン、1,8-ジアザビシクロウンデセンなどが挙げられる。

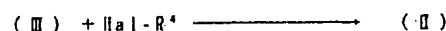
反応温度は通常0~100℃、好ましくは60~80℃であり、反応時間は通常0.5~24時間、好ましくは2~12時間である。

上記一般式(II)で表わされる化合物は例えば次のような方法で製造することができる。

製造方法(A) :



製造方法(B) :



(式中、 R^3 及び R^4 は前述の通りであり、Hal はハロゲン原子である)

上記製造方法 (A) において、製造される一般式 (III) で表わされる化合物は、ほとんど公知であるか、或は上記製造方法 (A) のような公知の方法によって製造できるが、具体的には、例えば特開昭62-70365の33頁(製法2)の(a)に記載された方法或はそれに準じて製造できる。

上記製造方法 (B) は、通常、塩基及び溶媒の存在下で行なわれ、塩基としては、ナトリウム、カリウムのようなアルカリ金属；水素化ナトリウム、水素化カリウムのようなアルカリ金属水素化物；水酸化ナトリウム、水酸化カリウムのようなアルカリ金属水酸化物；炭酸ナトリウム、炭酸カリウムのようなアルカリ金属の炭酸塩；トリエチルアミン、ピリジン、1,8-ジアザビシクロウンデセンのような有機塩基などが挙げられ、溶媒としてはジメチルホルムアミド、ヘキサメチルリン酸トリアミドのような非プロトン性極性溶媒；テトラヒドロフラン、ジオキサンのようなエーテル

類；メチルアルコール、エチルアルコールのようなアルコール類；酢酸メチル、酢酸エチルのようなエステル類；などが挙げられる。反応温度は通常、0～150℃好ましくは60～150℃であり、反応時間は普通0.5～24時間好ましくは2～10時間である。

次に本発明化合物の具体的合成例の一例を記載する。

合成例1

1-ジメチルカルバモイル-3-tert-ブチル-5-ジメチルカルバモイルチオ-1,2,4-1H-トリアゾール(化合物No.3)の合成

a) 50g (0.55モル) のチオセミカルバジドと200mlのテトラヒドロフランとの懸濁液を10℃に冷却してから約30分かけて69.4g (0.57モル) のトリメチルアセチルクロライドを加え、さらに58.3g (0.57モル) のトリエチルアミンを加えた。混合物を室温で1時間攪拌してから1時間加熱還流し、150mlのテトラヒドロフランを蒸留により除去した。更に150

mlの水と92.2g (1.15モル) の水酸化ナトリウムの50%水溶液を加え、反応混合物が80℃に達するまでテトラヒドロフラン及びトリエチルアミンの蒸留を続けた。反応混合物を更に3時間還流加熱後、室温まで冷却した。反応混合物を100mlの酢酸エチルで洗浄してから、酢酸エチル層を除去し、残留物に400gの水と100mlの濃塩酸水溶液を加えると白色の固体沈澱物を生じた。固体を濾過しヘキサン、水、ついでヘキサンで洗浄し空气中で乾燥して融点195-

198℃の白色固体の3-tert-ブチル-5-メルカプト-1,2,4-1H-トリアゾール74gを得た。

b) 2g (0.013モル) の3-tert-ブチル-5-メルカプト-1,2,4-1H-トリアゾールと15mlの酢酸エチルとからなる溶液に1.4g (0.013モル) のN,N-ジメチルカルバモイルクロライドと1.3g (0.013モル) のトリエチルアミンを加え、5時間還流加熱した。反応混合物を室温まで冷却し、50mlの水で洗浄し、水層と油層と

油層を分離した。水層は捨てる前に50mlの酢酸エチルで抽出し、油層はこの酢酸エチル抽出物と一緒にして50mlの飽和食塩水で洗浄してから無水硫酸ナトリウム上で乾燥し、溶媒を減圧下で留去した。生成物をヘキサンから再結晶し、融点171-172℃の3-tert-ブチル-5-ジメチルカルバモイルチオ-1,2,4-1H-トリアゾールを白色結晶として2.2g得た。

c) 2g (0.0087モル) の3-tert-ブチル-5-ジメチルカルバモイルチオ-1,2,4-1H-トリアゾールと15mlのテトラヒドロフランとからなる溶液に1.1g (0.0102モル) のN,N-ジメチルカルバモイルクロライド、1.1g (0.0108モル) のトリエチルアミン及び0.1g (0.0008モル) の4-ジメチルアミノピリジンを加え2時間還流加熱した。反応混合物を室温まで冷却し、50mlの水で洗浄し、水層と油層を分離した。水層は捨てる前に50mlの酢酸エチルで抽出し、油層はこの酢酸エチル抽出物と一緒にして、50mlの飽和食塩水で洗浄してから、無水硫酸ナト

リウム上で乾燥し、溶媒を減圧下で留去した。生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィによって精製し融点104-108℃の目的物(化合物No 3) ($^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : 1.39(s, 9H), 3.03(m, 12H))を白色結晶として1.5 g得た。

合成例2

1-ジメチルカルバモイル-3-tert-ブチル-5-ジメチルスルファモイルチオ-1,2,4-1H-トリアゾール(化合物No 4)の合成

a) 前記合成例1(a)と同様にして得られる3 g (0.019 モル)の3-tert-ブチル-5-メルカプト-1,2,4-1H-トリアゾールと15 mlの酢酸エチルとからなる溶液に3 g (0.0209モル)のジメチルスルファモイルクロライドと2 g (0.0197モル)のトリエチルアミンを加え10時間還流加熱した。その後、前記合成例1(b)と同様に処理し、融点193-195℃の3-tert-ブチル-5-ジメチルスルファモイルチオ-1,2,4-1H-トリアゾールを3.8 g得た。

b) 1 g (0.0043モル)の3-tert-ブチル-

4.0 g (0.04 モル)のトリエチルアミンを加えて4時間還流加熱した。その後、前記合成例1(b)と同様にして後処理した後、シリカゲルカラムクロマトグラフィにより精製し、融点103-104℃の3-tert-ブチル-5-(2-ビリジルメチルチオ)-1,2,4-1H-トリアゾールを白色結晶として4.7 g得た。

b) 1 g (0.004 モル)の3-tert-ブチル-5-(2-ビリジルメチルチオ)-1,2,4-1H-トリアゾールと15 mlのテトラヒドロフラン

とからなる溶液に0.6 g (0.0056モル)のジメチルカルバモイルクロライド、1 g (0.0099モル)のトリエチルアミン及び0.2 g (0.0016モル)の4-ジメチルアミノビリジンを加え、4時間還流加熱した。前記合成例1(c)と同様に後処理、精製後n_D²⁰ 1.5485の目的物(化合物No 5) ($^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : 1.03(s, 9H), 3.10(s, 6H), 4.56(s, 2H), 7.0-7.3(m, 1H), 7.5-7.8(m, 2H), 8.5-8.66(m, 1H))を油状物質として1.4 g得た。

次に本発明化合物の中間体について、前記一般

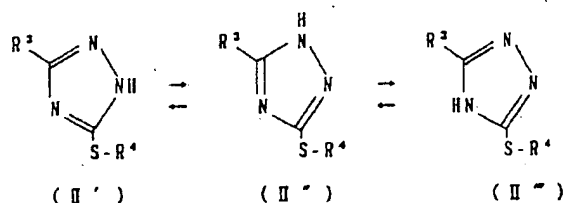
5-ジメチルスルファモイルチオ-1,2,4-1H-トリアゾールと15 mlのテトラヒドロフランとからなる溶液に0.5 g (0.0046モル)のジメチルカルバモイルクロライド、1 g (0.0098モル)のトリエチルアミン及び0.2 g (0.0016モル)の4-ジメチルアミノビリジンを加え、10時間加熱還流した。その後、前記合成例1(c)と同様に後処理、精製を行ない融点128-129℃の目的物(化合物No 4) ($^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : 1.39(s, 9H), 3.06(m, 12H))を白色結晶として1 g得た。

合成例3

1-ジメチルカルバモイル-3-tert-ブチル-5-(2-ビリジルメチルチオ)-1,2,4-1H-トリアゾール(化合物No 5)の合成

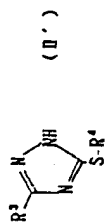
a) 前記合成例1(a)と同様にして得られる3 g (0.019 モル)の3-tert-ブチル-5-メルカプト-1,2,4-1H-トリアゾールと30 mlの酢酸エチルとからなる溶液に、3.3 g (0.02 モル)の2-ビリジルメチルクロライド塩酸塩と

式(II)で表わされるものはほとんど新規であり、次の3種の互変異性体が存在すると考えられる。



その代表例を一般式(II')と表わして次の第1表に掲載する。

第 1 表



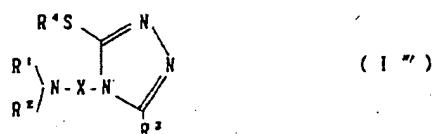
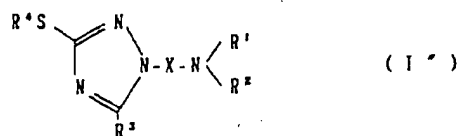
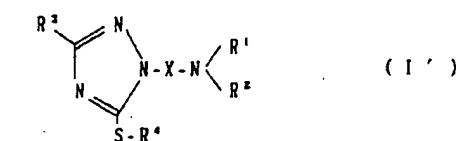
中間体 No.	R ²	R ⁴	物 性
10	-tert-ブチル	-(CH ₂) ₄ CH ₃	m.p. 109 ~ 114 °C
11	-tert-ブチル	-3,6,9-トリオキサデカニル	
12	-tert-ブチル		
13	-tert-ブチル		
14	-tert-ブチル		

中間体 No.	R ²	R ⁴	物 性
15	-tert-ブチル		
16	-tert-ブチル		
17	-tert-ブチル		

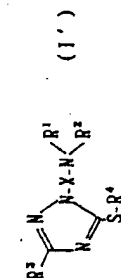
中間体 No.	R ²	R ⁴	物 性
1	-tert-ブチル		m.p. 112 ~ 114 °C
2	-tert-ブチル		m.p. 185 ~ 190 °C
3	-tert-ブチル		m.p. 171 ~ 172 °C
4	-tert-ブチル		m.p. 193 ~ 195 °C

中間体 No.	R ²	R ⁴	物 性
5	-tert-ブチル		m.p. 103 ~ 104 °C
6	-tert-ブチル		m.p. 134 ~ 136 °C
7	-tert-ブチル		
8	-tert-ブチル		
9	-シクロプロピル		

前記一般式 (I) の化合物には前述のとおり 3 種の互変異性体が存在するため、それを原料とする前述の製造方法によればその生成物には次の一般式で示される異性体が存在する可能性がある。



次に一般式 (I') と表示して本発明化合物の代表例を第 2 表に掲載する。



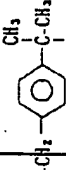


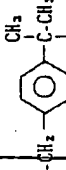
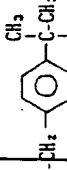
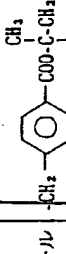


第 2 表



化合物 No	$-X-N \begin{array}{c} R^1 \\ \diagup \\ R^2 \end{array}$	R^3	R^4	物 性
1	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH_2-C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	n_D^{25} 1.5446
2	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH_2-C(=O)-C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	m.p. 95 ~ 97℃
3	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	m.p. 104 ~ 108℃
4	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	$\begin{array}{c} O \\ \\ -S-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	m.p. 109 ~ 114℃



化合物 No	$-X-N \begin{array}{c} R^1 \\ \diagup \\ R^2 \end{array}$	R^3	R^4	物 性
5	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH_2-C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	n_D^{25} 1.5485
6	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH_2-C(=O)-C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	n_D^{25} 1.5446
7	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-シクロロプロピル	$\begin{array}{c} O \\ \\ -CH-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	m.p. 64 ~ 68℃
8	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH_2-C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	n_D^{25} 1.4960
9	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH_2-C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	n_D^{25} 1.5305

化合物 No	$-X-N \begin{array}{c} R^1 \\ \diagup \\ R^2 \end{array}$	R^3	R^4	物 性
10	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	-3,6,9-トリオキサデカニル	n_D^{25} 1.5262
11	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH_2-C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	m.p. 94 ~ 98℃
12	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH_2-C(=O)-C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	n_D^{25} 1.5578
13	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH_2-C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	n_D^{25} 1.5037
14	$\begin{array}{c} O \\ \\ -C-N \begin{array}{c} CH_3 \\ \diagup \\ CH_3 \end{array} \end{array}$	-tert-ブチル	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH_2-C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	m.p. 86 ~ 88℃

化合物 No.	$-X-N\begin{smallmatrix} R^1 \\ R^2 \end{smallmatrix}$	R^3	R^4	物 性
25	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -S-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_2CH_3 \\ CH_2CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	
26	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -S-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	
27	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル		
28	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル		
29	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -S-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	シクロプロピル		$n_D^{25.5}$ 1.5364

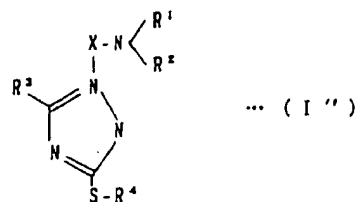
化合物 No.	$-X-N\begin{smallmatrix} R^1 \\ R^2 \end{smallmatrix}$	R^3	R^4	物 性
30	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -S-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル		m.p. 122~124 °C
31	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	シクロプロピル		$n_D^{25.5}$ 1.5592
32	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -S-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル		m.p. 187~190 °C
33	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	シクロプロピル		m.p. 79 ~ 80 °C
34	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	シクロプロピル		$n_D^{25.5}$ 1.5506

化合物 No.	$-X-N\begin{smallmatrix} R^1 \\ R^2 \end{smallmatrix}$	R^3	R^4	物 性
15	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル		m.p. 98~100 °C
16	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル		$n_D^{21.2}$ 1.5647
17	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -S-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル	-CH ₂ COOC ₂ H ₅	$n_D^{21.5}$ 1.4993
18	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -S-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -CH-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	m.p. 143~144 °C
19	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -S-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -S-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	m.p. 148~154 °C

化合物 No.	$-X-N\begin{smallmatrix} R^1 \\ R^2 \end{smallmatrix}$	R^3	R^4	物 性
20	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -S-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル		m.p. 62~76 °C
21	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -S-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル		$n_D^{21.5}$ 1.5361
22	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_2CH_3 \\ CH_2CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	
23	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_2CH_3 \\ CH_2CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	
24	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_2CH_3 \\ CH_2CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル	$\begin{smallmatrix} O \\ \\ -C-N\begin{smallmatrix} CH_2CH_3 \\ CH_2CH_3 \end{smallmatrix} \\ \\ O \end{smallmatrix}$	

化合物	$\begin{smallmatrix} R^1 \\ R^2 \end{smallmatrix}$	R^3	物 性
35	$\begin{smallmatrix} \text{O} \\ \parallel \\ \text{C}-\text{N} \begin{smallmatrix} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{smallmatrix} \end{smallmatrix}$	シクロアロピル	$\begin{smallmatrix} \text{2.4.8} \\ n_D \end{smallmatrix}$ 1.5284
36	$\begin{smallmatrix} \text{O} \\ \parallel \\ \text{C}-\text{N} \begin{smallmatrix} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{smallmatrix} \end{smallmatrix}$	-tert-ブチル	$\begin{smallmatrix} \text{2.4.8} \\ n_D \end{smallmatrix}$ 1.5281

前記第2表中で一般式(I')と表示され、或は前記合成例1~3で命名された目的化合物の構造は、それぞれそれら化合物にとって正しいものと考えられるが、それら化合物には、それぞれ対応する次記一般式(I''):



(R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 は前述の通りである)で表わされる異性体化合物が混入している可能性がある。

本発明化合物は、有害生物に対して防除効果を示し、例えば、殺虫、殺ダニ、殺線虫、殺土壌害虫剤及び殺菌剤の有効成分として優れた活性を示す。例えば、ナミハダニ、ニセナミハダニ、ミカンハダニ、ネダニなどのような植物寄生性ダニ類、コナガ、ヨウトムシ、ハスモンヨトウ、コドリ

ガ、ボールワーム、タバコバッドワーム、マイマイガ、コロラドハムシ、ウリハムシ、ボールウィービル、アブラムシ類、ウンカ類、ヨコバイ類、カイガラムシ類、カメムシ類、コナジラミ類、アザミウマ類、バッタ類、ハナバエ類、コガネムシ類、タマナヤガ、カブラヤガ、タマネギバエ、アリ類などのような農業害虫類、イエダニ、ゴキブリ類、イエバエ、アカイエカのような衛生害虫類、バクガ、アズキゾウムシ、コクヌストモドキ、ゴミムシダマシ類などのような貯穀害虫類、イガ、ヒメカツオブシムシ、シロアリ類などのような衣類、家屋害虫類、その他家畜などに寄生するノミ類、シラミ類、ハエ類などに対しても有効であり、更にはネコブセンチュウ類、シストセンチュウ類、ネグサレセンチュウ類、イネシンガレセンチュウ、イチゴメセンチュウ、マツノザイセンチュウなどのような植物寄生性線虫類に対しても有効である。また、土壌害虫類に対しても有効である。ここに言う土壌害虫としては、ナメクジ、マイマイのような腹足類、ダンゴムシ、ワラジムシなどのよう

な等脚類などがあげられる。更にジコホル(商品名: 武田薬品工業製)及び有機リン剤抵抗性の植物寄生性ダニ類、有機リン剤抵抗性アブラムシ類、イエバエなどの害虫に対しても有効である。また本発明化合物は、稲いもち病、稲紋枯病、キュウリ炭そ病、キュウリうどんこ病、キュウリべと病、トマト疫病、トマト輪紋病、柑橘類の黒点病、柑橘類のみどりかび病、ナシ黒星病、リンゴ斑点落葉病、ブドウべと病、各種の灰色かび病、菌核病、さび病などの病害及びフザリウム菌、ピシウム菌、リゾクトニア菌、パーティシウム菌、プラズモディオホーラ菌などの植物病原菌によって引き起こされる土壌病害に対しても優れた防除効果を示す。

本発明化合物は前記有害生物中、ナミハダニ、ニセナミハダニ、ミカンハダニ、うどんこ病及びべと病に対して特に優れた防除効果を示す。

本発明化合物を有害生物防除剤の有効成分として使用するに際しては、従来の農薬の製剤の場合と同様に農薬補助剤と共に乳剤、粉剤、粒剤、水

和剤、液剤、エアゾール剤、ペースト剤、懸濁剤などの種々の形態に製剤することができる。これらの配合割合は通常有効成分0.5～90重量部で農薬補助剤10～99.5重量部である。これらの製剤の実際の使用に際しては、そのまま使用するか、または水等の希釈剤で所定濃度に希釈して使用することができる。

ここにいう農薬補助剤としては、担体、乳化剤、懸濁剤、分散剤、展着剤、浸透剤、湿潤剤、増粘剤、安定剤などが挙げられ、必要により適宜添加すればよい。担体としては、固体担体と液体担体に分けられ、固体担体としては、澱粉、活性炭、大豆粉、小麦粉、木粉、魚粉、粉乳などの動植物性粉末、タルク、カオリン、ベントナイト、炭酸カルシウム、ゼオライト、珪藻土、ホワイカーボン、クレイ、アルミナ、硫酸粉末などの鉱物性粉末などが挙げられ、液体担体としては、水、メチルアルコール、エチレングリコールなどのアルコール類、アセトン、メチルエチルケトンなどのケトン類、ジオキサン、テトラヒドロフランなど

のエーテル類、ケロシン、灯油などの脂肪族炭化水素類、キシレン、トリメチルベンゼン、テトラメチルベンゼン、シクロヘキサン、ソルベントナフサなどの芳香族炭化水素類、クロロホルム、クロロベンゼンなどのハロゲン化炭化水素類、ジメチルホルムアミドなどの酸アミド類、酢酸エチルエステル、脂肪酸のグリセリンエステルなどのエステル類、アセトニトリルなどのニトリル類、ジメチルスルホキシドなどの含硫化合物類などが挙げられる。

また、必要に応じて他の農薬、例えば殺虫剤、殺ダニ剤、殺線虫剤、殺菌剤、抗ウイルス剤、誘引剤、除草剤、植物生長調整剤などと混用、併用することができ、この場合に一層優れた効果を示すこともある。

例えば、殺虫剤、殺ダニ剤、或いは殺線虫剤としてはO-(4-プロモ-2-クロロフェニル)O-エチルS-プロピルホスホロチオエート、2,2-ジクロロビニルジメチルホスフェート、エチル3-メチル-4-(メチルチオ)フェニルイソブ

ロピルホスホロアミデート、0,0-ジメチルO-4-ニトロ-m-トリルホスホロチオエート、O-エチルO-4-ニトロフェニルホスホノチオエート、0,0-ジエチルO-2-イソプロピル-6-メチルピリミジン-4-イルホスホロチオエート、0,0-ジメチルO-(3,5,6-トリクロロ-2-ピリジル)ホスホロチオエート、0,5-ジメチルアセチルホスホロアミドチオエート、O-(2,4-ジクロロフェニル)O-エチルS-プロピルホスホロジチオエートのような有機リン酸エステル系化合物；1-ナフチルメチルカーバメート、2-イソプロポキシフェニルメチルカーバメート、2-メチル-2-(メチルチオ)プロピオンアルデヒドO-メチルカルバモイルオキシム、2,3-ジヒドロ-2,2-ジメチルベンゾフラン-7-イルメチルカーバメート、ジメチルN,N'-(チオビス((メチルイミノ)カルボニルオキシ))ビスエタンイミドチオエート、S-メチルN-(メチルカルバモイルオキシ)チオアセトイミデート、N,N-ジメチル-2-メチルカルバモイル

オキシイミノ-2-(メチルチオ)アセトアミド、2-(エチルチオメチル)フェニルメチルカーバメート、2-ジメチルアミノ-5,6-ジメチルピリミジン-4-イルジメチルカーバメート、S,S'-2-ジメチルアミノトリメチレンビス(チオカーバメート)のようなカーバメート系化合物；2,2,2-トリクロロ-1,1-ビス(4-クロロフェニル)エタノール、4-クロロフェニル-2,4,5-トリクロロフェニルスルホンのような有機燐系化合物；トリシクロヘキシルチンヒドロキシドのような有機金属系化合物；(RS)- α -シアノ-3-フェノキシベンジル(RS)-2-(4-クロロフェニル)-3-メチルブチレート、3-フェノキシベンジル(IRS)-シス、トランス-3-(2,2-ジクロロビニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレート、(RS)- α -シアノ-3-フェノキシベンジル(IRS)-シス、トランス-3-(2,2-ジクロロビニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレート、(S)- α -シアノ-3-フェノキシベンジル

(1R) - シス - 3 - (2,2 - ジブロモビニル) - 2,2 - ジメチルシクロプロパンカルボキシレート、
(RS) - α - シアノ - 3 - フェノキシベンジル
(1RS) - シス、トランス - 3 - (2 - ククロ - 3,3,3 - トリフルオロプロベニル) - 2,2 - ジメチルシクロプロパンカルボキシレート、4 - メチル - 2,3,5,6 - テトラフルオロベンジル - 3 - (2 - ククロ - 3,3,3 - トリフルオロ - 1 - プロペン - 1 - イル) - 2,2 - ジメチルシクロプロパンカルボン酸のようなピレスロイド系化合物；1 - (4 - ククロフェニル) - 3 - (2,6 - ジフルオロベンゾイル) ウレア、1 - (3,5 - ジクロロ - 4 - (3 - ククロ - 5 - トリフルオロメチル - 2 - ビリジルオキシ) フェニル) - 3 - (2,6 - ジフルオロベンゾイル) ウレア、1 - (3,5 - ジクロロ - 2,4 - ジフルオロフェニル) - 3 - (2,6 - ジフルオロベンゾイル) ウレアのようなベンゾイルウレア系化合物；2 - tert - ブチルイミノ - 3 - イソプロピル - 5 - フェニル - 3,4,5,6 - テトラヒドロ - 2 H - 1,3,5 - チアジアジン - 4 -

ンビス (ジチオカーバメート) の重合物、ジンクとマンネブの錯化合物、ジジンクビス (ジメチルジチオカーバメート) エチレンビス (ジチオカーバメート)、ジンクアロピレンビス (ジチオカーバメート) の重合物のようなジチオカーバメート系化合物；3a,4,7,7a - テトラヒドロ - N - (トリクロロメタンスルフェニル) フタルイミド、3a,4,7,7a - テトラヒドロ - N - (1,1,2,2 - テトラクロロエタンスルフェニル) フタルイミド、N - (トリクロロメチルスルフェニル) フタルイミドのような N - ハロゲノチオアルキル系化合物；3 - (3,5 - ジクロロフェニル) - N - イソプロピル - 2,4 - ジオキソイミダゾリジン - 1 - カルボキサミド、(RS) - 3 - (3,5 - ジクロロフェニル) - 5 - メチル - 5 - ビニル - 1,3 - オキサゾリジン - 2,4 - ジオン、N - (3,5 - ジクロロフェニル) - 1,2 - ジメチルシクロプロパン - 1,2 - ジカルボキシミドのようなジカルボキシミド系化合物；メチル 1 - (ブチルカルバモイル) ベンゾイミダゾール - 2 - イルカーバメート、ジメチ

オン、トランス - (4 - ククロフェニル) - N - シクルヘキシル - 4 - メチル - 2 - オキソチアゾリジノン - 3 - カルボキサミド、N - メチルビス (2,4 - キシリルイミノメチル) アミンのような化合物；イソプロピル (2E,4E) - 1,1 - メトキシ - 3,7,11 - トリメチル - 2,4 - ドデカジエノエートのような幼若ホルモン様化合物；また、その他の化合物として、ジニトロ系化合物、有機硫黄化合物、尿素系化合物、トリアジン系化合物などが挙げられる。更に、BT 剤、昆虫病原ウイルス剤などのような微生物農薬などと、混用、併用することもできる。

例えば、殺菌剤としては、S - ベンジル 0,0 - ジイソプロピルホスホロチオエート、O - エチル S, S - ジフェニルホスホロジチオエート、アルミニウムエチルハイドロゲンホスホネートのような有機リン系化合物；4,5,6,7 - テトラクロロフタリド、テトラクロロイソフタロニトリルのような有機塩素系化合物；マンガニーズエチレンビス (ジチオカーバメート) の重合物、ジンクエチレ

ル 4,4' - (o - フェニレン) ビス (3 - チオアロフェネート) のようなベンズイミダゾール系化合物；1 - (4 - ククロフェノキシ) - 3,3 - ジメチル - 1 - (1 H - 1,2,4 - トリアゾール - 1 - イル) ブタノン、1 - (ビフェニル - 4 - イルオキシ) - 3,3 - ジメチル - 1 - (1 H - 1,2,4 - トリアゾール - 1 - イル) ブタン - 2 - オール、1 - (N - (4 - ククロ - 2 - トリフルオロメチルフェニル) - 2 - プロボキシアセトイミドイル) イミダゾール、1 - (2 - (2,4 - ジクロロフェニル) - 4 - エチル - 1,3 - ジオキソラン - 2 - イルメチル) - 1 H - 1,2,4 - トリアゾール、1 - (2 - (2,4 - ジクロロフェニル) - 4 - プロピル - 1,3 - ジオキソラン - 2 - イルメチル) - 1 H - 1,2,4 - トリアゾール、1 - (2 - (2,4 - ジクロロフェニル) ベンチル) - 1 H - 1,2,4 - トリアゾールのようなアゾール系化合物；2,4 - ジクロロ - α - (ピリミジン - 5 - イル) ベンズヒドリルアルコール、(±) - 2,4' - ジフルオロ - α - (1 H - 1,2,4 - トリアゾール - 1 - イ

ルメチル) ベンズヒドリルアルコールのようなカルピノール系化合物; 3'-イソプロボキシ-オ-トリアニリド、 α , α , α -トリフルオロ-3'-イソプロボキシ-オ-トリアニリドのようなベンズアニリド系化合物; メチルN-(2-メトキシアセチル)-N-(2,6-キシリル)-DL-アラニネートのようなフェニルアミド系化合物; 3-クロロ-N-(3-クロロ-2,6-ジニトロ-4- α , α , α -トリフルオロトリル)-5-トリフルオロメチル-2-ビリジナミンのようなビリジナミン系化合物; またその他の化合物として、ビペラジン系化合物、モルフォリン系化合物、アントラキノン系化合物、キノキサリン系化合物、クロトン酸系化合物、スルフェン酸系化合物、尿素系化合物、抗生物質などが挙げられる。

本発明の有害生物防除剤は種々の有害昆虫類、有害ダニ類、有害線虫類、有害土壌害虫類などの防除に有効であり、施用は一般に1~20,000ppm、望ましくは20~2,000ppmの有効成分濃度で行なう。これらの有効成分濃度は、製剤の形態及び施

用する方法、目的、時期、場所及び害虫の発生状況等によって適宜に変更できる。例えば、水生有害虫の場合、前記濃度範囲の薬液を発生場所に散布しても防除できることから、水中での有効成分濃度範囲は前記以下である。単位面積あたりの施用量は10a当たり、有効成分化合物として約0.1~5,000g、好ましくは10~1,000gが使用される。しかし、特別の場合には、これらの範囲を逸脱することも可能である。

本発明化合物を含有する種々の製剤、またはその希釈物の施用は、通常一般に行われている施用方法すなわち、散布(例えば散布、噴霧、ミスティング、アトマイジング、散粒、水面施用等)、土壌施用(混入、灌注等)、樹木灌注、表面施用(塗布、粉衣、被覆等)、浸漬毒餌法などにより行うことができる。またいわゆる超高濃度少量散布方(ultra low volume)により施用することもできる。この方法においては、活性成分を100%含有することが可能である。

試験例1 モモアカアブラムシ殺虫試験

有効成分化合物のそれぞれの製剤品を水に分散させ、800ppmに調整した。

カップ(直径7cm、高さ4cm)植えの4~5葉期ナスから第3或は第4葉位の葉一枚だけを残し、葉柄部に粘着剤(フジタングル)を塗り、そのナス葉にモモアカアブラムシ成虫を2頭放虫した。2日間産卵させた後、成虫を除去し、ナス葉とともに、前記所定濃度に調整した薬液に約10秒間浸漬し、風乾後、26℃の照明付恒温室内に放置した。処理5日後に生死を判定し、下記の計算式により死虫率を求めたところ、化合物No1~16は90%以上の死虫率を示した。なお、ナス葉からの離脱虫も死亡とみなした。

$$\text{死虫率}(\%) = \frac{\text{死虫数}}{\text{放虫数}} \times 100$$

試験例2 モモアカアブラムシ浸透移行性試験

有効成分化合物のそれぞれの製剤品を水に分散させ、所定濃度に調整した。

カップ(直径7cm、高さ4cm)植えの4~5葉期ナスから第3或は第4葉位の葉一枚だけを残し、

葉柄部に粘着剤(フジタングル)を塗った。800ppmの薬液10mlを土壌灌注し、26℃の照明付恒温室内に放置した。処理2日後にモモアカアブラムシ幼虫を10頭放虫し、放虫5日後に生死を判定し前記試験例1の場合と同様にして死虫率を求めた。なお、ナス葉からの離脱虫も死亡とみなした。

その結果、化合物No3~6は、100%の死虫率を示した。

試験例3 ヒメトビウソカ殺虫試験

有効成分化合物のそれぞれの製剤品を水に分散させ、800ppmに調整した薬液に、イネ幼苗を10秒間浸漬し、風乾した後脱脂綿で根部を包んで試験管に入れた。次いで、この中へヒメトビウソカの幼虫10頭を放ち、管口をガーゼでふたをした。5日後に虫の生死を判定し、試験例1の場合と同様にして死虫率を求めた。その結果、化合物No3~6、8、10及び12~16は100%の死虫率を示した。

次に、本発明の化合物の農園芸用殺菌剤として

の試験例を記載する。

試験例における評価は、下記の基準に従った。

評価基準

防除効果は、調査時の供試植物の発病程度を肉眼観察し、防除指数を下記の5段階で求めた。

(防除指数) (発病程度)

- 5 : 病斑が全く認められない
 4 : 病斑面積、病斑数または病斑長が、無処理区の10%未満
 3 : 病斑面積、病斑数または病斑長が、無処理区の40%未満
 2 : 病斑面積、病斑数または病斑長が、無処理区の70%未満
 1 : 病斑面積、病斑数または病斑長が、無処理区の70%以上

試験例4 キュウリ炭そ病予防効果試験

直径7.5cmのポリ鉢でキュウリ(品種:四葉)を栽培し、2葉期に達した時に、化合物No.1を500ppmに調整した薬液10mlをスプレーガンを用いて散布した。22~24℃の恒温室内に

ふりかけ接種した。接種10日後に第2葉の病斑面積を調査し、前記評価基準に従って防除指数を求めたところ、化合物No.5及び6は防除指数4を示した。

製剤例1

- (イ) 化合物No.3 20重量部
 (ロ) N,N'-ジメチルホルムアミド 32重量部
 (ハ) キシレン 40重量部
 (ニ) ポリオキシエチレンアルキルフェニル

エーテル 8重量部

以上のものを均一に混合、溶解して乳剤とする。

製剤例2

- (イ) 化合物No.5 5重量部
 (ロ) ベントナイト 45重量部
 (ハ) カオリン 50重量部

以上のものを少量の水と共に混練、粒状に押し出し成型し、乾燥して粒剤とする。

製剤例3

- (イ) 化合物No.6 30重量部

1昼夜保った後、炭そ病菌の胞子懸濁液を噴霧接種した。接種7日後に第1葉の病斑面積を調査し、前記評価基準に従って防除指数を求めたところ、防除指数5を示した。

試験例5 キュウリべと病予防効果試験

直径7.5cmのポリ鉢でキュウリ(品種:四葉)を栽培し、2葉期に達した時に、各供試化合物を500ppmの濃度に調整した薬液10mlをスプレーガンを用いて散布した。22~24℃の恒温室内に1昼夜保った後、べと病菌の胞子懸濁液を噴霧接種した。接種6日後に第1葉の病斑面積を調査し、前記評価基準に従って防除指数を求めたところ、化合物No.6及び10は防除指数4を示した。

試験例6 エンバク冠さび病予防効果試験

直径7.5cmのポリ鉢でエンバク(品種:前進)を栽培し、2葉期に達した時に、各供試化合物を500ppmの濃度に調整した薬液10mlをスプレーガンを用いて散布した。22~24℃の恒温室内に1昼夜保った後、冠さび病菌の分生胞子を

(ロ) 微粉シリカ 35重量部

(ハ) 微粉クレー 25重量部

(ニ) ナフタレンスルホン酸ソーダ

ホルマリン縮合物 2重量部

(ホ) ジアルキルスルホサクシネート 3重量部

(ヘ) ポリオキシエチレンアルキルアリアル

(aryl)エーテルサルフェート 5重量部

以上のものを均一に粉砕、混和して水和剤とする。

製剤例4

(イ) 化合物No.8 1重量部

(ロ) タルク 99重量部

以上のものを均一に混和し、粒剤とする。

製剤例5

(イ) 化合物No.4 50重量部

(ロ) メチルセロソルブ 30重量部

(ハ) ポリオキシエチレンアルキルフェニル

エーテル 20重量部

以上のものを均一に混和、溶解して液剤とする。

第1頁の続き

⑤Int. Cl.⁵

C 07 D 401/12
403/12

識別記号

庁内整理番号

6742-4C
6742-4C

⑦2発 明 者	今 井	修	滋賀県草津市西渋川2丁目3番1号 石原産業株式会社中央研究所内
⑦2発 明 者	森 田	雅 之	滋賀県草津市西渋川2丁目3番1号 石原産業株式会社中央研究所内
⑦2発 明 者	松 本	雅 光	滋賀県草津市西渋川2丁目3番1号 石原産業株式会社中央研究所内